In-situ CNT フォレスト成長に向けた金属酸化物担持層のミスト CVD 形成

Mist CVD formation of metal oxide support layer for in-situ CNT forest growth

 $^{\circ}$ 木下 聖也 1 , 苅田 基志 2 , 中野 貴之 2 , 井上 翼 2 , 三輪 鉄春 3 , 長岡 宏一 3

(1. 静大創造院, 2. 静大院工, 3. JNC 石油化学)

^OT. Kinoshita¹, M. Karita². T. Nakano², Y. Inoue², T. Miwa³, H. Nagaoka³

(1.GSST, Shizuoka Univ., 2.Shizuoka Univ., 3.JNC Petrochemical)

E-mail: kinoshtia@cnt.eng.shizuoka.ac.jp

【はじめに】本研究室ではカーボンナノチューブ(CNT)の生産性向上に向けた合成手法の基礎技術として、基板上への CNT の核となる触媒粒子形成および CNT 成長の 2 ステップを装置内で完結させる in-situ ミスト化学気相堆積(CVD)プロセスの構築を行ってきた。本発表では、CNT 合成プロセスのさらなる効率化と CNT 品質向上に向けて、CNT の成長状態に大きく影響する触媒粒子担持層のミスト CVD を新たに加えたプロセスを構築したので報告する。

【実験】担持する金属酸化物として TiO_2 を堆積させた。前駆体にオルトチタン酸テトライソプロピルを使用した。それをエタノールと混合し、超純水および塩酸を数滴添加後、撹拌することで原料溶液を作製した。超音波発生装置によって霧化した原料溶液をアルゴンガスによって CVD 装置内へ供給した。チャンバー内の温度を 500° C、ミスト供給時間を 10 min とし、配置した SiO_2/Si 基板上に TiO_2 膜を形成した。その後、チャンバー内を 700° Cまで昇温し、フェロセン/エタノール溶液をミスト供給した後、CNT の原料となるアセチレンを流入することによって、形成した担持層上に CNT 成長を行った。

【結果】Fig. 1 に担持層形成前と形成後の基板表面のラマンスペクトル(波長 532 nm)を示す。また、Fig. 2(a)に担持層の AFM 像、(b)にへき開した基板断面の SEM 像、(c)に CNT 成長後の基板表面の SEM 像を示す。Fig. 1 の膜形成後のラマンスペクトルには、140 cm⁻¹付近にアナターゼ型 ${\rm TiO_2}$ のピークが見られる。また Fig. 2(a)および(b)から、 ${\rm SiO_2/Si}$ 基板上に膜厚 50 nm 程度の ${\rm TiO_2}$ 粒子膜が形成されていることが分かる。Fig. 2(c)から ${\rm TiO_2}$ 上に配向成長した多層 CNT が観察でき、触媒粒子担持層形成、触媒粒子形成、CNT 成長を同 CVD 装置内で完結するプロセスを構築できた。当日は、様々な形成条件下における担持層の状態とそれらの層上に成長する CNT の状態について発表する。

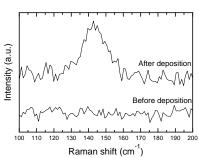
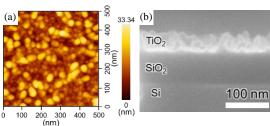


Fig. 1 Raman spectra of TiO₂ and substrate.



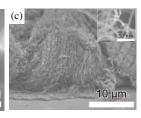


Fig. 2 (a)AFM image of TiO_2 film. (b)Cross-sectional SEM image of TiO_2 deposited on substrate. (c)CNTs grown on the TiO_2 layer.